



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑫ **Off nlegungsschrift**
⑩ **DE 198 08 681 A 1**

⑤1 Int. Cl.⁶:
G 01 N 25/18
G 01 N 27/18

②1 Aktenzeichen: 198 08 681.4
②2 Anmeldetag: 2. 3. 98
④3 Offenlegungstag: 9. 9. 99

DE 198 08 681 A 1

⑦1 Anmelder:
Mayer, Hubert, Prof. Dr.-Ing., 21465 Reinbek, DE

⑦2 Erfinder:
gleich Anmelder

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑤4 Wärmeleitgasanalysator mit kurzer Einstellzeit

DE 198 08 681 A 1

Die Erfindung betrifft die vorteilhafte Weiterentwicklung von Wärmeleit-Gasanalysatoren. Diese Gasanalysatoren sind an sich bekannt und werden von zahlreichen Analysegerätheherstellern gefertigt. Dabei wird von der Erscheinung Gebrauch gemacht, daß sich Gase erheblich in ihrer Wärmeleitfähigkeit unterscheiden und die Wärmeleitfähigkeit eines Gasgemischs von den Gasanteilen abhängt, so daß durch Messung der Wärmeleitfähigkeit des Gasgemischs bei bekannten Komponenten auf die Zusammensetzung des Gemischs geschlossen werden kann. Zwar ist die Methode nicht spezifisch und i.a. nur bei binären bzw. quasibinären Gemischen anwendbar, doch ist sie sehr zuverlässig, preiswert und erlaubt eine kontinuierliche Messung. Diese Analysenmethode ist deshalb in der Prozeßmeßtechnik und bei der Rauchgasanalyse weit verbreitet, zudem können Wärmeleit-Gasanalysatoren in Verbindung mit stofftrennenden Verfahren, wie der Gaschromatografie, für vielfältige Analysenaufgaben verwendet werden.

Kernstück des Analysators ist die Wärmeleitzelle, die üblicherweise aus einem zylindrischen Hohlraum besteht, in dem sich ein coaxial aufgespannter Draht, der elektrisch geheizt wird befindet. Anstelle des linearen Drahtes sind Drahtwendeln gebräuchlich, die ebenfalls coaxial zum umgebenden Zylinder angeordnet werden. Der elektrisch geheizte Draht dient als Wärmequelle und befindet sich auf einer merklich höheren Temperatur als die Zylinderwand, deren Temperatur konstant gehalten wird. Der Hitzdraht ist vom Meßgas umgeben, so daß die freigesetzte Wärme vom Draht über das Gas zur Zylinderwand transportiert wird. Der schematische Aufbau der Wärmeleitzelle ist in **Abb. 1** dargestellt.

Betreibt man den Hitzdraht mit konstantem Strom, so ist die Temperatur, auf die sich der Hitzdraht einstellt, um so höher, je niedriger die Wärmeleitfähigkeit des umgebenden Gases ist und umgekehrt. Die bisher bekannten Meßanordnungen arbeiten so, daß die Temperatur des Drahtes über die Messung des Drahtwiderstandes bestimmt wird. Hierzu wird i.a. eine Wheatstonebrücke mit einer oder zwei Zellen benutzt, die das Meßgas enthalten. Dabei ist es zweckmäßig, eine weitere Zelle - bzw. zwei weitere Zellen - mit einem Vergleichsgas zu füllen, wodurch sich Temperaturschwankungen der Zylinderwände kompensieren.

Die Drähte werden zur Vermeidung von Korrosion und katalytischer Effekte häufig mit einem Glasüberzug versehen. Da die Drahtwiderstände bei linearen Drähten sehr gering sind, was hinsichtlich des Meßfehlers nachteilhaft ist, werden die Drähte oftmals gewandelt. Durch die Wendelung läßt sich ferner der Druckeinfluß vermindern, was mit der Reduktion der Enmischung aufgrund von Thermodiffusion erklärt wurde. Bei größeren Durchmesser der Drahtwendel kann diese aus Stabilitätsgründen nicht mehr freitragend sein, sondern muß auf einen Wickelkörper aus geeigneten Material, z. B. Keramik, aufgebracht werden.

Die Ummantelung der Drähte mit einem schlecht wärmeleitenden Material wie Glas sowie das Aufbringen auf einen Wickelkörper und die damit verbundene Massenerhöhung des beheizten Teils wirken sich nachteilig hinsichtlich des dynamischen Verhaltens des Gasanalysators aus. Die Einstellzeiten werden z. T. drastisch erhöht, so daß sich 90%-Zeiten von ca. 20 s bis zu mehreren Minuten ergeben können. Zur Erfassung schneller Konzentrationsänderungen sind solche Analysatoren deshalb nicht geeignet. Zahlreiche Regelungsaufgaben, Überwachungsaufgaben mit Sicherheitsfunktion sowie Messungen bei Gasen, deren Zusammensetzung sich rasch ändert, wie z. B. Rauchgase, erfordern Gasanalysatoren mit entsprechend kurzen Einstellzeiten.

Der der Erfindung zugrunde liegende Gasanalysator arbeitet nicht mit einem konstanten Heizstrom und variabler Drahttemperatur, sondern hat eine konstante Drahttemperatur bei variablem Heizstrom. Um eine Konstanz der Drahttemperatur und damit des Drahtwiderstandes zu erreichen, muß der Heizstrom bei Änderung der Gaszusammensetzung und dadurch bedingter Änderung der Wärmeleitfähigkeit des Gasgemischs entsprechend geregelt werden. Z.B. würde die Zunahme der Wärmeleitfähigkeit bei konstantem Heizstrom zu einer Erniedrigung der Drahttemperatur führen. Bei der hier beschriebenen Meßanordnung wird jedoch durch ein Regelkreis der Heizstrom derart erhöht, daß die Temperatur des Drahtes konstant bleibt.

Der herausragende Vorteil der erfindungsmäßigen Meßanordnung besteht darin, daß die Zeiten für das Einstellen des thermischen Gleichgewichts weitgehend entfallen und die Einstellzeit des Analysators verglichen mit Einstellzeiten bei variabler Drahttemperatur drastisch verkürzt wird. Ein solcher Analysator kann deshalb wesentlich weiterreichende Meßaufgaben erfüllen als ein herkömmlicher.

In **Abb. 2** ist der Meßaufbau schematisch unter Verwendung einer einzelnen Meßzelle dargestellt. Die drei Festwiderstände werden so festgelegt, daß ihr Widerstandswert mit dem des Hitzdrahtes bei der maximal auftretenden Wärmeleitfähigkeit des Analysegas übereinstimmt, wobei hier der maximale Heizstrom $I_{H,max}$ fließt. Die Brücke ist abgeglichen, und die Brückenausgangsspannung ist $U_D=0$. Ändert sich die Gaszusammensetzung und verringert sich hierdurch die Wärmeleitfähigkeit des Analysegas, so hat der Hitzdraht die Tendenz sich zu erwärmen und seinen Widerstand zu erhöhen. Dies verursacht eine (geringfügige) Verstimmung der Brücke, so daß jetzt die Brückenausgangsspannung ungleich null wird. Die Brückenausgangsspannung gelangt auf den Eingang eines Reglers, der den Heizstrom so weit reduziert, daß sich die ursprüngliche Temperatur und der ursprüngliche Drahtwiderstand wieder einstellen, so daß die Brücke jetzt erneut abgeglichen ist. Bei der minimalen Wärmeleitfähigkeit fließt schließlich der minimale Heizstrom $I_{H,min}$.

Der Zusammenhang zwischen Wärmeleitfähigkeit und Heizstrom ist zwar nicht linear, doch besteht ein streng monotoner Zusammenhang, so daß durch Messung des Heizstromes die Wärmeleitfähigkeit eindeutig ermittelt werden kann. Da im übrigen auch der Zusammenhang zwischen der Gaskonzentration und der Wärmeleitfähigkeit i.a. nicht linear ist, empfiehlt sich eine empirische Kalibrierung des Gasanalysators, wie sie auch bei herkömmlichen Geräten durchgeführt wird. Mit einer Recheneinheit (analog oder digital) erfolgt die Umsetzung des Stromsignals in ein Konzentrationssignal für das jeweilige Analysenproblem.

Eine Verdoppelung der Empfindlichkeit läßt sich erreichen, wenn statt nur einer Meßzelle zwei Meßzellen verwendet werden, wie in **Abb. 3** gezeigt. Die Verwendung von zwei Hitzdrähten in einer Halbbrücke hat nämlich die Verdoppelung der Brückenausgangsspannung zur Folge, so daß entsprechend kleinere Konzentrationsunterschiede detektierbar werden. Allerdings ist die Zunahme der Empfindlichkeit wie bisher mit einem apparativen Mehraufwand verbunden.

Besondere Bedeutung hat die Schwankung der Temperatur der Meßzellenwand T_w . Da die Meßzelle(n) in einem thermostatisierten Block eingearbeitet sind, ist T_w näherungsweise konstant. Geringe Temperaturschwankungen lassen sich jedoch mit einfachen Thermostaten nicht vermeiden. Diese Temperaturschwankungen werden bei der herkömmlichen Technik meist dadurch kompensiert, daß man den Zellen, die mit Analysegas gefüllt sind, eine gleiche Anzahl Zellen beifügt, die mit einem sog. Vergleichsgas

gefüllt sind. Alle Zellenwände müssen in gutem thermischen Kontakt stehen, so daß sich eine Kompensation von Temperaturschwankungen der Wände ergibt. Bei der erfindungsmäßigen Meßanordnung ist diese Kompensation nicht ohne weiteres möglich, da Schwankungen der Wandtemperatur durch die Regelung des Heizstromes mit berücksichtigt werden: d. h. sie machen sich als Fehler bemerkbar. Zudem sind Kompensationsmaßnahmen durch Vergleichsgaszellen wegen der Nichtlinearität nicht zweckmäßig. Hier wurde das Problem dadurch gelöst, daß ein Widerstandstemperturfühler Pt100 zur Erfassung der Temperatur des Blocks, in den die Wärmeleitzellen eingearbeitet sind und der die Wände der Zellen bildet, benutzt wird. Da dieser Block thermostatisiert ist, sind die auftretenden Temperaturschwankungen gering, würden jedoch unkompensiert Meßfehler verursachen.

Sinkt z. B. die Blocktemperatur ab, so würde tendenziell auch die Heizdrahttemperatur sinken, und die Temperaturregelungseinrichtung würde einen höheren Heizstrom liefern, um die Drahttemperatur konstant zu halten. Dies würde allerdings eine höhere Wärmeleitfähigkeit des Analysegas vorzuziehen, d. h. die Konzentrationsanzeige wäre fehlerhaft. Zur Korrektur läßt sich das Signal der Blocktemperatur heranziehen. In einer Recheneinheit wird die Abweichung der Blocktemperatur berücksichtigt, und das Konzentrationsignal wird entsprechend korrigiert. Die Korrekturwerte werden empirisch ermittelt. Das Blockschema ist in den Abb. 2 und 3 dargestellt.

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß die erfindungsmäßige Konfiguration bei etwa gleichem apparativen Aufwand wie herkömmliche Wärmeleit-Gasanalysatoren eine erheblich kürzere Einstellzeit hat und damit für Meßaufgaben verwendet werden kann, bei denen es auf schnellen Zugriff zu den Analysedaten ankommt.

Fundstelle:

D. Plesch, Dissertation, Karlsruhe 1973.

Bezugszeichenliste

Abb. 1 Schematische Darstellung der Wärmeleitzelle

- 1 Heizdraht
- 2 Isolierkörper
- 3 Block
- 4 Analysegas
- 5 Elektrische Zuleitungen
- 6 Analysegaseneingang
- 7 Analysegasausgang
- 8 Temperaturfühler Pt100
- 9 Durchführung (Isolator)

Abb. 2 Blocksaltbild des Wärmeleit-Gasanalysator mit Viertelbrücke

- 1 Heizdraht d. Wärmeleitzelle
- 8 Temperaturfühler Pt100 (T_w)
- 10 Wärmeleitzelle
- 11-13 Festwiderstände
- 14 Regler für Heizstrom I_H
- 15 Temperaturmeßbrücke ($U(T_w)$)
- 16 Amperemeter (Ausgang: $U(I_H)$)
- 17 Recheneinheit
- 18 Konzentrationsanzeige
- 19 Thermostat (T_w)
- U_D Ausgangsspannung der Viertelbrücke
- I_H Heizstrom ($I_{H,min} \dots I_{H,max}$)
- T_w Wandtemperatur der Wärmeleitzelle
- $U(T_w)$ Spannungssignal von T_w
- $U(I_H)$ Spannungssignal von I_H

Abb. 3 Blocksaltbild (teilweise) des Wärmeleit-Gas-

- analysators mit Halbbrücke; d. h. mit zwei Wärmeleitzellen
- 8 Temperaturfühler Pt100
- 10 Wärmeleitzelle 1
- 11 Festwiderstand
- 13 Festwiderstand
- 16 Amperemeter mit Signalausgang
- 19 Thermostat (für beide Wärmeleitzellen)
- 20 Wärmeleitzelle 2

Patentansprüche

1. Wärmeleit-Gasanalysator, der kontinuierlich die Zusammensetzung binärer oder quasibinärer Gasgemische von der Art nach bekannten Komponenten mißt, wobei ein elektrisch geheizter Draht, der auch gewendet oder mit einem isolierenden Überzug versehen sein kann, innerhalb eines Hohlraumes angeordnet ist, wobei sich zwischen Draht und Hohlraumwand das Analysegas befindet und die vom Draht freigesetzte Wärme über die Gasstrecke zur vergleichsweise kühlen Wand des Hohlraumes strömt, **dadurch gekennzeichnet** (die Zahlen beziehen sich auf die Abb. 1 bis 3),

- daß der Heizdraht (1) auf einer konstanten Temperatur gehalten wird, unabhängig von der Wärmeleitfähigkeit des Gasgemisches,
- daß zur Aufrechterhaltung der Temperaturkonstanz des Heizdrahtes ein Regler (14) benutzt wird, der den Heizstrom I_H derart beeinflußt, daß eine zunehmende (bzw. abnehmende) Wärmeleitfähigkeit des Analysegas eine entsprechende Erhöhung (bzw. Verminderung) des Heizstromes bewirkt, so daß die Temperatur des Heizdrahtes konstant bleibt,

daß der Heizdraht (1) zusammen mit den Festwiderständen (11), (12) und (13) eine Wheatstonesche Viertelbrücke bildet, die aufgrund der Temperatur- und Widerstands-Konstanz stets abgeglichen ist, wobei die Brückenausgangsspannung U_D als Regeldifferenz auf den Regler (14) wirkt und die Regelung so erfolgt, daß U_D verschwindet.

2. Wärmeleit-Gasanalysator nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,

- daß anstelle einer einzelnen Wärmeleitzelle zwei Zellen (10) bzw. (20) Verwendung finden, die sich in einem gemeinsamen Thermostaten befinden und zusammen mit den Festwiderständen (11) und (13) eine Wheatstonesche Halbbrücke bilden, wodurch sich gegenüber der Anordnung nach 1 eine Verdoppelung der Empfindlichkeit ergibt.

3. Wärmeleit-Gasanalysator nach Anspruch 1 bzw. 2, dadurch gekennzeichnet,

- daß die geringfügigen Schwankungen der an sich durch einen Thermostaten nahezu konstant gehaltenen Wandtemperatur T_w durch eine Temperaturmeßeinrichtung (8) und (15) ermittelt werden und das Temperatursignal einer Recheneinheit (17) zugeleitet und zur Korrektur des Konzentrationssignals herangezogen wird.

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

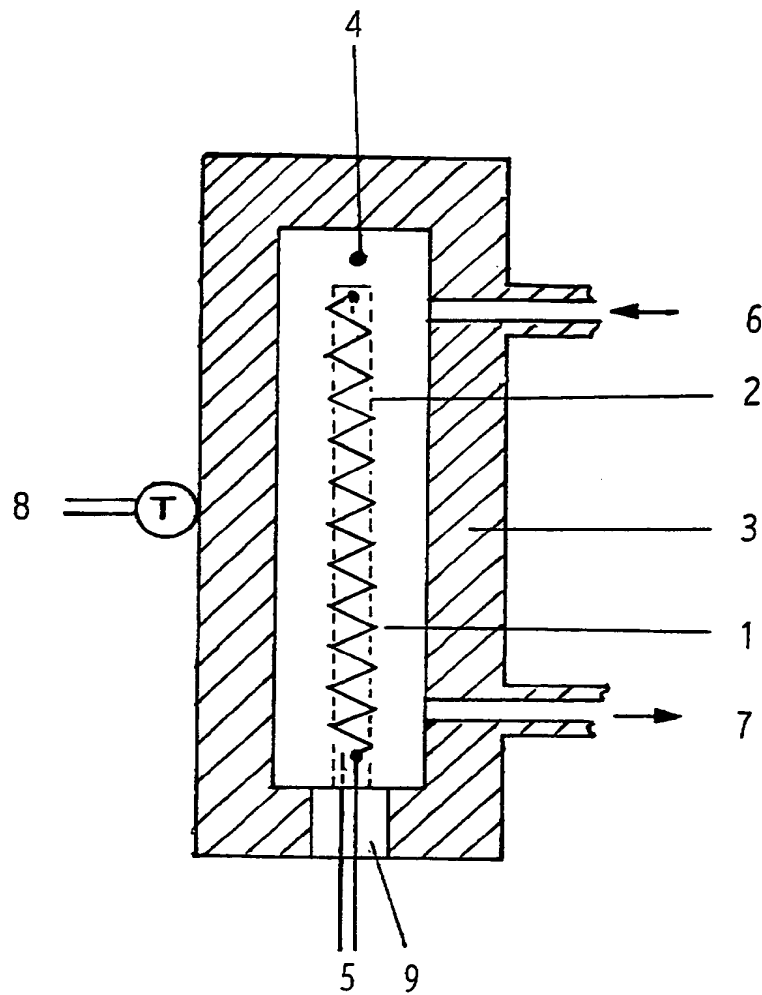


Abbildung 1

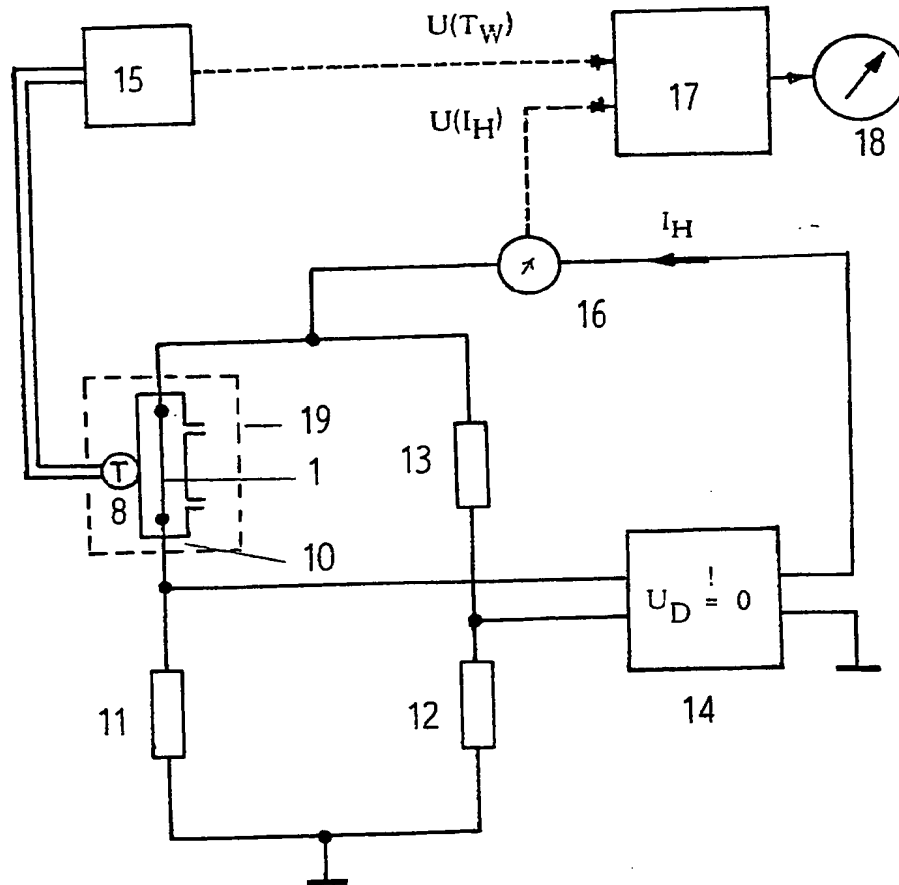


Abbildung 2

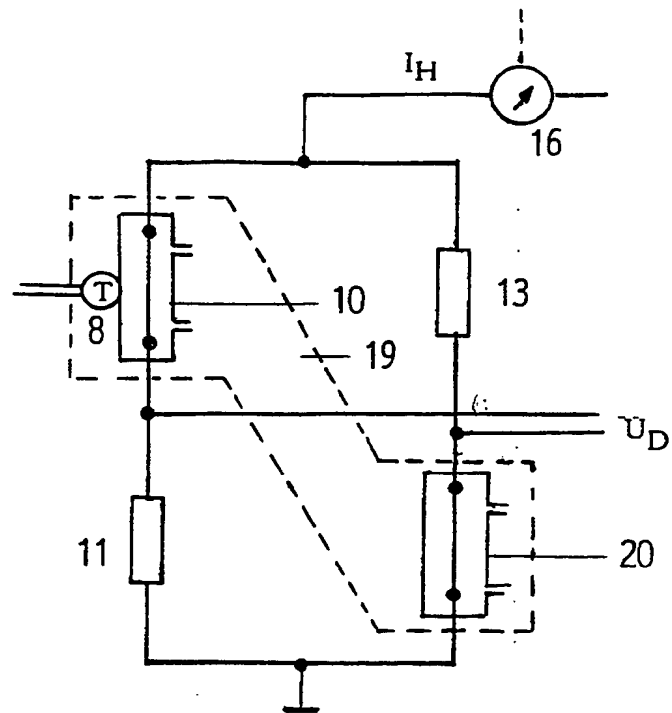


Abbildung 3